

PCT

WELT-ORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationales Büro



INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<p>(51) Internationale Patentklassifikation⁶ : C09C 1/00, C09D 17/00, C09C 3/04, C09D 7/12, 11/00, C08K 9/08</p>		A1	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/38253</p> <p>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 3. September 1998 (03.09.98)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/00850</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 14. Februar 1998 (14.02.98)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: 197 08 167.3 28. Februar 1997 (28.02.97) DE</p> <p>(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): MERCK PATENT GMBH [DE/DE]; D-64271 Darmstadt (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und</p> <p>(75) Erfinder/Anmelder (<i>nur für US</i>): HECHLER, Manfred [DE/DE]; Friedhofstrasse 16, D-64686 Lautertal-Reichenbach (DE). HERGET, Gerhard [DE/DE]; Potsdamer Strasse 73, D-64372 Ober-Ramstadt (DE). HUSSEINI, Brigitte [DE/DE]; Otto-Hesse-Strasse 4, D-64293 Darmstadt (DE).</p> <p>(74) Gemeinsamer Vertreter: MERCK PATENT GMBH; D-64271 Darmstadt (DE).</p>		<p>(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TI, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Veröffentlicht</p> <p><i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i></p>	
<p>(54) Title: PIGMENT PREPARATION</p> <p>(54) Bezeichnung: PIGMENTPRÄPARATION</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The invention relates to a dust-free, homogenous pigment preparation, characterized in that it contains at least 40 weight per cent of one or several nacreous pigments.</p> <p>(57) Zusammenfassung</p> <p>Die Erfindung betrifft eine nichtstaubende, homogene Pigmentpräparation, die sich dadurch auszeichnet, daß sie mindesten 40 Gew.% eines oder mehrerer Perlglanzpigmente enthält.</p>			

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauritanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		

Pigmentpräparation

Die Erfindung betrifft eine nichtstaubende, homogene Pigmentpräparation, die sich dadurch auszeichnet, daß sie mindestens 40 Gew.% eines oder mehrerer Effektpigmente enthält.

In technischen Prozessen werden Pigmente vielfach nicht als trockene Pulver eingesetzt, da diese stauben, was zu erhöhten Anforderungen im Hinblick auf die Arbeitsplatzsicherheit führt. Weiterhin wird bei der Einbringung von Pulvern in Kunststoffe, Basislacksysteme, etc. vielfach eine Agglomeration des Pigmentpulvers beobachtet. Eine homogene Verteilung des Pigments in der jeweiligen Matrix ist vielfach nur schwer oder aber gar nicht zu erreichen.

Anstelle des Pigmentpulvers werden nicht staubende Pigmentzubereitungen verwendet. Hierbei handelt es sich um

- rieselfähige Pulver, wobei Perlglanzpigmente mit Polymeren beschichtet werden, wie sie z.B. in der DE-PS-2603211 beschrieben sind,
- pigmentierte rieselfähige Pulver mit einem geringen Feuchtegehalt, wie sie z.B. aus der DE-OS-4139993 bekannt sind, oder um
- pigmentierte Pulver mit einem höheren Feuchtegehalt, wobei letztere häufig auch aufgrund ihrer fließfähigen Konsistenz als Pasten bezeichnet werden.

Pasten sind eine technische Alternative zu den trockenen oder angefeuchteten Pulvern, wenn sie folgende Rahmenbedingungen erfüllen:

- fließfähige Konsistenz
- möglichst geringe Dilatanz
- möglichst hoher Pigmentgehalt

Die Komponenten der Zubereitung/Paste sollten dabei so gewählt sein, daß die Zubereitung möglichst gut auf die anderen Komponenten des jeweiligen Beschichtungssystems abgestimmt ist und sich nach der Einbringung leicht homogen verteilt.

5

Neben einer guten Kompatibilität mit den weiteren Bestandteilen des Beschichtungssystems müssen Pigmentzubereitungen eine hohe Stabilität aufweisen, d.h., sie dürfen nicht zur Phasenseparation neigen. Diese Forderung ist besonders wichtig bei Pigmentzubereitungen auf der Basis plättchenförmiger Pigmente, da diese auf Grund ihrer Struktur bei der Phasenseparation zum "Zusammenbacken" neigen und nur schwer wieder aufgerührt werden können. So weist z.B. eine wäßrige Pigmentzubereitung, welche durch Anteigen eines Pulvers aus Perlglanzpigmenten mit Wasser erhalten wird, häufig eine unzureichende Stabilität auf.

15

Wäßrige Pigmentzubereitungen, die schon immer z.B. für Kosmetika benötigt wurden, werden aus Umweltschutzgründen zunehmend auch für andere Applikationen, etwa für die Herstellung von Wasserlacken etc., bedeutsam.

20

Die bisher zur Verwendung in Beschichtungssystemen, insbesondere wäßrigen Systemen, entwickelten Zubereitungen mit Perlglanzpigmenten und Metalleffektpigmenten mit einem Pigmentanteil > 30 Gew.% genügen den beschriebenen Anforderungen nur unzureichend, insbesondere deshalb, da sie zur Scherverdickung neigen.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand daher in der Bereitstellung von Pigmentzubereitungen insbesondere in Form von Pasten, enthaltend mindestens 40 Gew.% an Effektpigmenten, die auch sehr gut in wäßrigen Beschichtungssystemen verwendet werden können, eine hohe Stabilität aufweisen und sich gleichzeitig durch eine hohe Kompatibilität mit den übrigen Komponenten des Beschichtungssystems auszeichnen. Weiterhin soll die erfindungsgemäße Pigmentpräparation auch zur Herstellung von Trockenpräparaten, z.B. in Form von Granulaten, geeignet sein.

Es wurde gefunden, daß diese Aufgabe durch die Bereitstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation gelöst werden kann.

Gegenstand der Erfindung ist somit eine nichtstaubende, homogene Pigmentpräparation, die

5

- 40 - 60 Gew.% ein oder mehrerer Effektpigmente,
- 0,1 - 5 Gew.% an oberflächenaktiven Substanzen,
- 0,5 - 40 Gew.% an organischen Polymeren,
- 1 - 40 Gew.% eines organischen Lösungsmittels oder
10 Lösungsmittelgemisches,
- 0 - 50 Gew.% Wasser und gegebenenfalls
- 0 - 10 Gew.% eines pH-Reglers

enthält.

15

Die erfindungsgemäße Präparation ist in Abhängigkeit vom Feuchtegehalt eine fließfähige Paste, die sich sehr gut zur Herstellung von Trockenpräparaten, z.B. Granulate, Pellets, Briketts, eignet. Die aus der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung hergestellten Trockenpräparate 20 sind ebenfalls Gegenstand der Erfindung.

20

Als Perlglanzpigmente werden Pigmente auf der Basis plättchenförmiger, transparenter oder semitransparenter Substrate aus z.B. Schichtsilikaten, wie etwa Glimmer, synthetischen Glimmer, Talkum, Sericit, Kaolin, aus 25 Glas oder anderen silikatischen Materialien verwendet, die mit farbigen oder farblosen Metalloxiden wie z. B. TiO_2 , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , SnO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , CuO , NiO und anderen Metalloxiden allein oder in Mischung in einer einheitlichen Schicht oder in aufeinanderfolgenden Schichten. Diese 30 Pigmente sind z.B. aus den deutschen Patenten und Patentanmeldungen 14 67 468, 19 59 998, 20 09 566, 22 14 454, 22 15 191, 22 44 298, 23 13 331, 25 22 572, 31 37 808, 31 37 809, 31 51 343, 31 51 354, 31 51 355, 32 11 602, 32 35 017 und P 38 42 330 bekannt und im Handel erhältlich, z.B. unter der Marke Iridin® der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD. Besonders bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten TiO_2 /Glimmer-, 35 Fe_2O_3 /Glimmer- und/oder TiO_2 / Fe_2O_3 -Glimmerpigmente.

Geeignete Metalleffektpigmente sind alle dem Fachmann bekannten plättchenförmigen Substrate, wie z.B. Aluminiumplättchen oder metalloxidbeschichtete Aluminiumplättchen, wie sie z.B. von der Fa. Eckart-Werke, Fürth, vertrieben werden.

5

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen können ein oder mehrere Effektpigmente enthalten. Vielfach können durch die Verwendung von mindestens zwei verschiedenen Perlglanzpigmenten besondere Farb- und Glanzeffekte erzielt werden. Die Pigmentpräparation kann auch ein

10

Gemisch aus Perlglanz- und Metallpigment sein. Das Mischungsverhältnis liegt dann vorzugsweise bei 10:1, insbesondere bei 1:1. Bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten ein oder mehrere Perlglanzpigmente.

Die erfindungsgemäße Pigmentpräparation enthält vorzugsweise 40 - 60

15

Gew.% an Effektpigmenten, insbesondere 45 - 60 Gew.%. Ganz besonders bevorzugt sind Pigmentpräparationen mit einem Gehalt an Effektpigmenten von mehr als 50 Gew.%.

20

Geeignete oberflächenaktive Substanzen sind insbesondere solche, die eine hydrophobe Molekülseitenkette enthalten, wie z.B. Alkylsilane, die auch eine weitere funktionelle Gruppe enthalten können, ungesättigte oder gesättigte Fettsäuren oder Fluortenside. Insbesondere bevorzugt werden Silanverbindungen der Formel $(C_nH_{2n+1})Si(OC_mH_{2m+1})_3$, worin n 1-30 und m 1-10 bedeutet, als oberflächenaktive Substanzen eingesetzt. Geeignete Silanverbindungen sind beispielsweise n-Hexyldecyl-triethoxy-silan und n-

25

Octyldecyl-triethoxy-silan (Si 116 bzw. Si 118 der Degussa AG, Frankfurt, BRD) sowie die entsprechenden Fluoralkylsilane.

30

Ferner werden als oberflächenaktive Substanzen die gesättigten und ungesättigten Fettsäuren, wie z.B. Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure sowie Fettsäuregemische eingesetzt.

35

Geeignete Fluortenside bestehen aus einer längeren perfluor- oder teilfluorierten Alkylkette und einer hydrophilen oder organophilen Kopfgruppe, wie z. B. eine Polyoxyethylen-, Carboxyl- oder Sulfongruppe.

Sie sind kationisch, nicht-ionisch oder anionisch aufgebaut. Es kommen insbesondere Fluortenside zum Einsatz, die unter den Handelsnamen FLUORAD FC430 bzw. FC431 (Fa. 3M) und Borchigol FT448 (Fa. Borchers, Düsseldorf, BRD) vertrieben werden.

5

Vorzugsweise enthält die Pigmentpräparation ein Silan, ein Tensid oder eine Fettsäure. Bei dem oberflächenaktiven Reagenz kann es sich auch um ein Gemisch aus Silan, Fettsäuren und/oder Tensiden handeln. Der Anteil aller Verbindungen in der Präparation sollte allerdings 5 Gew.%, vorzugsweise 2 Gew.%, nicht überschreiten.

10

Die Pigmentpräparationen enthalten 0,1 bis 5 Gew.%, vorzugsweise 0,2 bis 3 Gew.% und insbesondere 0,5 bis 2 Gew.% an oberflächenaktiven Substanzen.

15

Als dritte zwingende Komponente enthält die erfindungsgemäße Pigmentpräparation 0,5 bis 40 Gew.%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.%, insbesondere 2 bis 10 Gew.% eines organischen Polymers oder Polymerengemisches.

20

Als organische Polymere kommen Verdickungsmittel, Dispergiermittel und/oder Bindemittelharze in Frage, wie sie üblicherweise den Farben und Lacken zugesetzt werden, wie sie z.B. in Karsten, Lackrohstofftabellen, 8. Auflage 1987, aufgeführt werden. Als Bindemittel kommen alle

25

üblicherweise für Druckfarben in Frage kommenden Bindemittel bzw. Bindemittelgemische in Betracht, soweit diese gleich oder zumindest verträglich mit dem jeweils zum Einsatz kommenden Bindemittelsystem der Druckfarbe sind. Somit können Bindemittel auf der Basis von

30

Cellulose, Polyacrylat-, Polymethacrylat, Alkyd-, Polyester-, Polyphenol-, Harnstoff-, Melamin-, Polyterpen-, Polyvinyl-, Polyvinylchlorid-, Polyvinylpyrrolidon-Harzen, Polystyrolen, Polyolefinen, Cumaron-Inden-, Kohlenwasserstoff-, Keton-, Aldehyd-, Aromaten-Formaldehyd-Harzen, Carbamidsäure-, Sulfonamid-, Epoxid-Harzen, Polyurethanen und/oder natürlichen Ölen oder Derivaten der genannten Substanzen eingesetzt werden. Eine besonders gute Redispergierbarkeit der erfindungsgemäßen

35

Perlglanzpigment-Präparation hat sich gezeigt, wenn als Bindemittel

Cellulose bzw. Celluloseverbindungen eingesetzt werden. Cellulose bzw. Celluloseverbindungen führen ersichtlich zu einer intensiven Vorbenetzung der Perlglanzpigment-Teilchen und ergeben damit ein Druckfarben-

5 Vorprodukt, das sich wiederum in einer damit verträglichen Bindemittel- Lösung bei der Herstellung der Druckfarbe rasch dispergieren lässt. Dies gilt insbesondere für die Vorbenetzung mit Celluloseverbindungen, da diese offenbar einerseits die Bindung der an die Teilchen des Perlglanzpigments, andererseits die Bildung der Paste unterstützen, aus der durch Kompaktieren die Präparation in Teilchenform erzeugt wird.

10

Zu der Gruppe der Cellulose bzw. Celluloseverbindungen, die sich als besonders für das erfindungsgemäße Verfahren eignen, zählen Cellulosenitrat, Alkylcellulose, Hydroxicellulose, Hydroxialkylcellulose und Celluloseacetobutyrat. Bevorzugte organische Polymere sind weiterhin 15 Polyacrylsäure-Derivate.

Geeignete Verdickungsmittel sind insbesondere solche, die die Dilatanz mindern, ohne gleichzeitig stark verdickend auf die Perlglanzzubereitung zu wirken, wie z.B. Acryl-Methacrylsäure-Polymerisate.

20

Die Auswahl des Bindemittels richtet sich nach den technologischen Anforderungen der zu erzeugenden Beschichtung. So können übliche Lackbindemittel, wie z.B. Polyurethan-Acrylat-Harze, Acrylat-Melamin-Harze, Alkydharze, Polyesterharze, Polyurethane, Acrylatharze oder 25 Epoxidharze sowie deren Gemische als Bindemittel eingesetzt werden. Weiterhin geeignet sind Nitrocellulose, Celluloseacetopropionat, -butyrat, Ketonharze, Aldehydharze sowie Polyvinylbutyral.

30

Die Lösemittelkomponente in der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation muß auf das jeweilige Bindemittel fachgemäß abgestimmt werden. Bei der Herstellung können alle organischen Lösemittel, vorzugsweise solche die mit Wasser emulgierbar oder mischbar sind, eingesetzt werden. Geeignete Lösemittel sind z.B. aromatische Lösungsmittel, z.B. Toluole, Benzine, Mineralöle, Kohlenwasserstoffe, Ester, pflanzliche Öle, einwertige 35 aliphatische Alkohole, wie solche mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, z.B. Ethanol, Butanol oder Isopropanol oder Ketone, z.B. Aceton oder

Methylethylketon oder Glykolether, wie z.B. Propylenglycolmonoethylether, Propylenglycolmonoethylether oder Diole, wie z.B. Ethylenglykol und Propylenglykol oder Polyetherdiole, wie z.B. Polyethylenglykol und Polypropylenglykol, oder Polyole, wie z.B. alipathische Triole und Tetrole mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, wie Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Glycerin, 1,2,4-Butantriol, 1,2,6-Hexantinol und Pentaerythrit, sowie alle anderen Lösemittel anderer Verbindungsklassen bzw. der Gemische der vorgenannten Lösemittel. Vorzugsweise werden solche Lösemittel eingesetzt, die in Karsten, Lackrohstofftabellen, 8. Auflage 1987, aufgelistet sind. Insbesondere werden solche Lösungsmittel verwendet, die mit Wasser unbeschränkt mischbar sind.

Die erfindungsgemäße Pigmentpräparation enthält 1 bis 40 Gew.% eines organischen Lösemittels bzw. Lösemittelgemisches, vorzugsweise 5 bis 35 Gew.%, insbesondere 10 bis 30 Gew.%.

Vorzugsweise enthält die Pigmentpräparation als weitere Komponente 0 bis 50 Gew.% Wasser, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.%, insbesondere 10 bis 30 Gew.%.

Abhängig von der Art des zugesetzten organischen Polymers ist der Zusatz von Neutralisationsmitteln erforderlich, aber auch unabhängig davon hat es sich bei der Herstellung der Pigmentpräparation häufig als vorteilhaft erwiesen, der Präparation einen pH-Regler zuzusetzen. Geeignet sind insbesondere die auf dem Lacksektor üblichen Basen, wie z.B. Harnstoff, Harnstoffderivate, Ammoniak, Aminoalkohole, Alkalihydroxide, wie z.B. KOH oder NaOH, Amine, wobei es sich bevorzugt um flüchtige organische niedermolekulare Amine handelt. Der pH-Wert kann auch durch die Zugabe von Mineralsäuren, wie z. B. H_2SO_4 , HCl, HNO_3 , oder organische Carbonsäuren, wie z. B. Essigsäure, auf den gewünschten pH-Wert eingestellt werden.

Die Base bzw. Säure wird in einer derartigen Menge zugegeben, daß der pH-Wert der Präparation bei etwa 7,5 bis 10, vorzugsweise bei 7,5 bis 9, liegt.

In der Regel enthält die erfindungsgemäße Pigmentpräparation 0 bis 10 Gew.% eines pH-Reglers, vorzugsweise 1 bis 7 Gew.%, insbesondere 1,5 bis 3 Gew.%.

5 Der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation können während oder nach der Herstellung weitere übliche Additive zugesetzt werden, wie z.B. Entschäumer, Netzmittel, Antiabsetzmittel, Verlaufsmittel, Sikkative oder Thixotropiermittel. Es handelt sich hierbei um in der Lackindustrie übliche Hilfsstoffe, die in der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation in einer 10 Menge von 0 bis 10 Gew.% enthalten sein können.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation erfolgt einfach dadurch, daß zu dem Effektpigment bzw. Effektpigmentgemisch, das Lösemittel, die oberflächenaktiven Substanzen, das organische 15 Polymer bzw. Polymerengemisch gleichzeitig oder nacheinander hinzugegeben werden, und daß diese Mischung in einem Mischgerät, insbesondere einem Dispermaten, schonend homogenisiert wird.

Vorzugsweise wird das Pigment vorgelegt und zunächst unter Rühren mit 20 dem Lösemittel enthaltend die oberflächenreaktive Substanz angeteigt; anschließend erfolgt die Zugabe einer weiteren Lösung bestehend aus Lösemittel und organischem Polymer. Gegebenenfalls kann an dieser Stelle bereits eine erste Trocknungsstufe eingeschaltet sein, wobei die 25 Trocknungstemperatur zwischen 80° und 150° liegen kann. Bei Bedarf erfolgt abschließend die Zugabe weiterer lacktypischer Hilfsmittel.

Bei der erhaltenen erfindungsgemäßen Pigmentpräparation handelt es sich um gut fließfähige Pasten mit einem relativ hohen Gehalt an Perlglanzpigmenten. Aufgrund des geringen Gewichtsanteils an 30 organischen Komponenten ist die erfindungsgemäße Pigmentpräparation gut kompatibel mit handelsüblichen System, sowohl auf wässriger als auch auf Lösemittelbasis und sowohl für hydrophile als auch für hydrophobe Medien hervorragend geeignet. Weiterhin zeichnet sich die Präparation durch ihre Staubfreiheit, die gute Dispergierbarkeit und Redispergierbarkeit, eine hohe Lagerstabilität und eine gute Verarbeitbarkeit aus und 35 ist somit herkömmlichen Pigmentpräparationen deutlich überlegen.

Die fließfähige Pigmentpräparation ist sehr gut geeignet für die Befüllung von Tuben sowie zum Strangpressen. Zur Herstellung von Trockenpräparaten wird die erfindungsgemäße Pigmentpräparation stranggepreßt oder auf anderen dem Fachmann bekannten Wegen in Granulatform verdichtet und gegebenenfalls anschließend getrocknet. Der Trocknungsprozeß findet in der Regel bei Temperaturen von 20 °C bis 150 °C und dauert zwischen 0,5 und 4 h und kann ggf. unter reduziertem Druck erfolgen. Zuletzt wird das gegebenenfalls Trockenpräparat zerkleinert. Die so erhaltenen Granulate sind ebenfalls nichtstaubend. Die Lagerung und der Transport der Trockenpräparate sind somit weniger eingeschränkt und daher sehr unproblematisch. Die Trockenpräparate besitzen den weiteren Vorteil, daß sie mit wenig oder keiner Flüssigkeit beladen sind und damit noch besser in Formulierungen eingearbeitet werden können.

Die erfindungsgemäße Präparation als Paste oder als Trockenpräparat kann für vielfältige Anwendungen verwendet werden. Bevorzugt wird sie in Beschichtungssystemen aus den Bereichen Druck, Lack und Farbe eingesetzt. Besonders bevorzugt wird die Präparation auf beliebige Substratmaterialien, beispielsweise Metalle wie Eisen, Stahl, Aluminium, Kupfer, Bronze, Messing sowie Metallfolien aber auch metallüberzogene Oberflächen von Glas, Keramik und Beton, als auch auf Holz, z.B. Möbel, Ton, Textil, Papier, Verpackungsmaterialien, z.B. Kunststoffbehälter, Folien oder Pappen, oder auf anderen Materialien zu dekorativen und/oder schützenden Zwecken aufgebracht. Ein weiteres wichtiges Applikationsgebiet sind daneben auch Wasserlacke.

Gegenstand der Erfindung ist somit auch die Verwendung der Pigmentpräparation in Formulierungen wie Farben, Lacken, Druckfarben und Kunststoffen.

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne sie jedoch zu beschränken.

BeispieleBeispiel 1

5 490 g Iridin 103 Rutil Sterling Silver (TiO_2 -Glimmerpigment mit einer Teilchengröße von 10 bis 50 μm der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD) werden in 30 ml VE-Wasser (mit Essigsäure auf pH = 4 eingestellt) suspendiert und zweimal 15 Minuten bei 2000 Upm an einem Dispermaten homogenisiert. Nach Zugabe von 30 g Ethanol und 10 g Si 118 (Fa. Degussa, BRD) wird die Suspension fünfmal 4 Minuten bei 2000 Upm homogenisiert. Das Pigment wird ausgetragen und 3,5 h bei 140 °C getrocknet.

10 Das Produkt wird durch ein 50 μm Sieb gegeben und anschließend homogen in 600 g einer Lösung bestehend aus 96,7 g Rohagit SD 15 (ein Polyacrylat der Fa. Röhm, Darmstadt, BRD), 203 g VE-Wasser und 300 g Ethanol eingetragen und mit 1,25 g Ammoniak (ca. 25 Gew.%) unter Rühren versetzt. Man erhält eine gut fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube pressen lässt. Der Pigmentgehalt beträgt 44,5 Gew.%.

20

Beispiel 2

25 323 g Iridin 103 Rutil Sterling Silver (TiO_2 -Glimmerpigment mit einer Teilchengröße von 10 bis 50 μm der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD) werden mit 20 g VE-Wasser (mit Essigsäure auf pH = 4 eingestellt) versetzt und zweimal 15 Minuten bei 2000 Upm an einem Dispermaten homogenisiert. Nach Zugabe von 7 g Si 118 (Fa. Degussa, BRD) und 20 g Ethanol noch fünfmal 4 Minuten bei 2000 Upm homogenisiert. Das Pigment wird ausgetragen und 3,5 h bei 140 °C getrocknet. Das Produkt wird durch ein 50 μm Sieb gegeben und anschließend homogen in 330 g einer Lösung bestehend aus 5 g Moviol CMB0 5500 (Polyethylenglycol der Fa. Hoechst AG, BRD), 163 g VE-Wasser und 167 g Ethanol eingetragen. Man erhält eine gut fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube pressen lässt. Der Pigmentgehalt beträgt 48,6 Gew.%.

35

Beispiel 3

666 g Iridin 123 Hellglanzsatin (TiO_2 -Glimmerpigment mit einer Teilchengröße von 5 bis 20 μm der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD) werden mit 42 g VE-Wasser (mit Essigsäure auf pH = 4 eingestellt) versetzt und zweimal 15 Minuten bei 2000 Upm an einem Dispermaten homogenisiert. Nach Zugabe von 14 g Si 118 (Fa. Degussa, BRD) und 42 g Ethanol wird fünfmal 4 Minuten bei 2000 Upm homogenisiert. Das Pigment wird ausgetragen und 3,5 h bei 140 °C getrocknet. Das Produkt wird durch ein 50 μm Sieb gegeben und anschließend homogen in 600 g einer Lösung bestehend aus 104 g Rohagit SD 15 (Fa. Röhm, Darmstadt, BRD), 196 g VE-Wasser und 300 g Ethanol eingetragen und mit 1,8 g Ammoniak (c = 25 %) unter Rühren versetzt. Man erhält eine gut fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube pressen lässt. Der Pigmentgehalt beträgt 52 Gew.%.

Beispiel 4

594 g Iridin 103 Rutil Sterling Silver (TiO_2 -Glimmerpigment der Teilchengröße von 10 bis 50 μm der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD) werden mit 50 g VE-Wasser und 12 g FC 129 (Fa. 3M) versetzt und viermal 5 Minuten bei 800 Upm an einem Dispermaten homogenisiert. Das Pigment wird ausgetragen und 5 h bei 80 °C getrocknet. Das Produkt wird durch ein 50 μm Sieb gegeben und anschließend homogen in 600 g einer Lösung bestehend aus 96,7 g Rohagit SD 15 (Fa. Röhm, Darmstadt, BRD), 203 g VE-Wasser und 300 g Ethanol eingetragen und mit 1,25 g Ammoniak (c = 25 %) unter Rühren versetzt. Man erhält eine gut fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube pressen lässt. Der Pigmentgehalt beträgt 49,5 Gew.%

30

35

Patentansprüche

1. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation, dadurch gekennzeichnet, daß sie
 - 5 - 40 - 60 Gew.% ein oder mehrerer Effektpigmente,
 - 0,1 - 5 Gew.% an oberflächenaktiven Substanzen,
 - 0,5 - 40 Gew.% an organischen Polymeren,
 - 1 - 40 Gew.% eines organischen Lösungsmittels oder 10 Lösungsmittelgemisches,
 - 0 - 50 Gew.% Wasser und gegebenenfalls
 - 0 - 10 Gew.% eines pH-Reglers
- 15 enthält.
2. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Effektpigment ein Perlglanzpigment und/oder ein Metallpigment ist.
- 20 3. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Perlglanzpigment ein TiO_2 /Glimmer- und/oder Fe_2O_3 -Glimmerpigment ist.
4. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach Anspruch 1 25 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Metalleffektpigment Aluminiumplättchen oder metalloxidbeschichtete Aluminiumplättchen sind.
5. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der 30 Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die oberflächenaktive Substanz ein Alkylsilan, eine gesättigte oder ungesättigte Fettsäure und/oder ein Fluortensid ist.
- 35 6. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das organische Polymer ein Polyacrylsäure-Derivat ist.

7. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als pH-Regler Ammoniak oder Harnstoff eingesetzt wird.
- 5 8. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie als zusätzliche Komponenten Entschäumer, Netzmittel, Antiabsetzmittel, Verlaufsmittel, Sikkative und/oder Thioxotropiermittel enthalten kann.
- 10 9. Verwendung der Pigmentpräparation nach Anspruch 1 zur Herstellung von Trockenpräparaten, dadurch gekennzeichnet, daß die Präparation stranggepreßt, gegebenenfalls anschließend getrocknet und zuletzt pelletiert wird.
- 15 10. Trockenpräparation hergestellt aus der nichtstaubenden homogenen Pigmentpräparation nach Anspruch 1, indem die Pigmentpräparation stranggepreßt, gegebenenfalls anschließend getrocknet und zuletzt pelletiert wird.
- 20 11. Verwendung der Pigmentpräparation nach Anspruch 1 in Formulierungen wie Farben, Lacken, Druckfarben und Kunststoffen.

25

30

35

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/00850

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C09C1/00 C09D17/00 C09C3/04 C09D7/12 C09D11/00
C08K9/08

According to International Patent Classification(IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C09C C09D C08K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	EP 0 803 552 A (ECKART-WERKE STANDARD BRONZEPULVER-WERKE CARL ECKART GMBH & CO.) 29 October 1997 see column 2, line 6-15; claims 1-14.16 ---	1-4.6. 9-11
X	EP 0 240 367 A (TOYO ALUMINIUM) 7 October 1987 see page 3, line 64 - page 4, line 31; claim 1 ---	1,2,4.5. 8,11
A	EP 0 256 418 A (MERCK PATENT) 24 February 1988 see claim 1 ---	1.11 -/-

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"S" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

30 June 1998

09/07/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Bellingen, I

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 98/00850

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P,A	US 5 618 342 A (G. HERGET ET AL.) 8 April 1997 see claim 1 & DE 41 39 993 A (MERCK PATENT) cited in the application ---	1
A	US 5 104 922 A (D. C. K. CHANG) 14 April 1992 see the whole document ---	1,2,4,6, 7.11
A	FR 2 354 300 A (ASAHI KASEI KOGYO) 6 January 1978 see claims 1.8 -----	1,4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/00850

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 803552	A 29-10-1997	DE 19616287 A AU 1892797 A CA 2202231 A JP 10036734 A		30-10-1997 30-10-1997 24-10-1997 10-02-1998
EP 240367	A 07-10-1987	CA 1287201 A JP 1950267 C JP 6080152 B JP 63054475 A US 4869754 A		06-08-1991 10-07-1995 12-10-1994 08-03-1988 26-09-1989
EP 256418	A 24-02-1988	DE 3627329 A FI 873479 A, B JP 2554889 B JP 63046266 A US 4814020 A		18-02-1988 13-02-1988 20-11-1996 27-02-1988 21-03-1989
US 5618342	A 08-04-1997	DE 4139993 A CN 1087656 A CZ 9401366 A DE 59206969 D WO 9311199 A EP 0615536 A FI 942626 A JP 7501839 T MX 9206937 A		09-06-1993 08-06-1994 15-12-1994 26-09-1996 10-06-1993 21-09-1994 27-07-1994 23-02-1995 01-06-1993
US 5104922	A 14-04-1992	CA 2053755 A		23-04-1992
FR 2354300	A 06-01-1978	JP 1140912 C JP 52149282 A JP 57034229 B AT 371090 B CA 1065903 A DE 2726036 A GB 1576634 A SE 426692 B SE 7706597 A US 4138270 A		24-03-1983 12-12-1977 21-07-1982 25-05-1983 06-11-1979 22-12-1977 08-10-1980 07-02-1983 09-12-1977 06-02-1979

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int. PCT/EP 98/00850
Markenzeichen

A. KLASSEFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 6 C09C1/00 C09D17/00 C09C3/04 C09D7/12 C09D11/00
C08K9/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestmautstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 6 C09C C09D C08K

Recherchierte aber nicht zum Mindestmautstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, X	EP 0 803 552 A (ECKART-WERKE STANDARD BRONZEPULVER-WERKE CARL ECKART GMBH & CO.) 29. Oktober 1997 siehe Spalte 2, Zeile 6-15; Ansprüche 1-14, 16 ---	1-4, 6, 9-11
X	EP 0 240 367 A (TOYO ALUMINIUM) 7. Oktober 1987 siehe Seite 3, Zeile 64 - Seite 4, Zeile 31; Anspruch 1 ---	1, 2, 4, 5, 8, 11
A	EP 0 256 418 A (MERCK PATENT) 24. Februar 1988 siehe Anspruch 1 --- -/--	1, 11

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mundliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"%" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 30. Juni 1998	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 09/07/1998
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P. B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Tx 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Van Bellingen, I

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen

PCT/EP 98/00850

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr
P,A	US 5 618 342 A (G. HERGET ET AL.) 8.April 1997 siehe Anspruch 1 & DE 41 39 993 A (MERCK PATENT) in der Anmeldung erwähnt ---	1
A	US 5 104 922 A (D. C. K. CHANG) 14.April 1992 siehe das ganze Dokument ---	1,2,4,6, 7.11
A	FR 2 354 300 A (ASAHI KASEI KOGYO) 6.Januar 1978 siehe Ansprüche 1,8 -----	1.4

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internat. Anmeldenummer

PCT/EP 98/00850

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie			Datum der Veröffentlichung
EP 803552 A	29-10-1997	DE	19616287 A		30-10-1997
		AU	1892797 A		30-10-1997
		CA	2202231 A		24-10-1997
		JP	10036734 A		10-02-1998
EP 240367 A	07-10-1987	CA	1287201 A		06-08-1991
		JP	1950267 C		10-07-1995
		JP	6080152 B		12-10-1994
		JP	63054475 A		08-03-1988
		US	4869754 A		26-09-1989
EP 256418 A	24-02-1988	DE	3627329 A		18-02-1988
		FI	873479 A,B		13-02-1988
		JP	2554889 B		20-11-1996
		JP	63046266 A		27-02-1988
		US	4814020 A		21-03-1989
US 5618342 A	08-04-1997	DE	4139993 A		09-06-1993
		CN	1087656 A		08-06-1994
		CZ	9401366 A		15-12-1994
		DE	59206969 D		26-09-1996
		WO	9311199 A		10-06-1993
		EP	0615536 A		21-09-1994
		FI	942626 A		27-07-1994
		JP	7501839 T		23-02-1995
		MX	9206937 A		01-06-1993
US 5104922 A	14-04-1992	CA	2053755 A		23-04-1992
FR 2354300 A	06-01-1978	JP	1140912 C		24-03-1983
		JP	52149282 A		12-12-1977
		JP	57034229 B		21-07-1982
		AT	371090 B		25-05-1983
		CA	1065903 A		06-11-1979
		DE	2726036 A		22-12-1977
		GB	1576634 A		08-10-1980
		SE	426692 B		07-02-1983
		SE	7706597 A		09-12-1977
		US	4138270 A		06-02-1979

